

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-251125

(43)Date of publication of application : 17.09.1999

(51)Int.Cl.

H01F 1/08
B22F 3/00
B22F 3/02
C22C 33/02
C22C 33/02
C22C 38/00
H01F 1/053
H01F 41/02

(21)Application number : 10-357893

(71)Applicant : SHIN ETSU CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 16.12.1998

(72)Inventor : ITO TAKU

MINOWA TAKEHISA

(30)Priority

Priority number : 09350550

Priority date : 19.12.1997

Priority country : JP

(54) RARE-EARTH-IRON-BORON SINTERED MAGNET AND ITS MANUFACTURE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To stably obtain a rare-earth-iron-boron sintered magnet, having a high coercive force and a high specific electric resistance at a low cost.

SOLUTION: A rare-earth-iron-boron sintered magnet has an R-B-(Fe, Co) alloy composition containing 0.0005-40 wt.% of one or more kinds of rare-earth oxides R'mOn (where, R' represents Y, La, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Rb, or Lu and (m) and (n) respectively represent 2, 3 and 6, 11 for Pr, 2, 3 and 4, 7 for Tb, or 2, 3 for all the others), 8-20 at.% for R (one or more kinds of rare-earth elements including Y), 2-10 at.% for B, and the balance Fe and/or for Co.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 20.06.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 25.11.2004

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-251125

(43) 公開日 平成11年(1999) 9月17日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	F I		
H 0 1 F 1/08		H 0 1 F 1/08		B
B 2 2 F 3/00		C 2 2 C 33/02		H
	3/02			J
C 2 2 C 33/02				1 0 3 A
		38/00		3 0 3 D
審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 7 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号	特願平10-357893	(71) 出願人	000002060 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(22) 出願日	平成10年(1998)12月16日	(72) 発明者	伊藤 卓 福井県武生市北府2丁目1番5号 信越化学工業株式会社磁性材料研究所内
(31) 優先権主張番号	特願平9-350550	(72) 発明者	美濃輪 武久 福井県武生市北府2丁目1番5号 信越化学工業株式会社磁性材料研究所内
(32) 優先日	平9(1997)12月19日	(74) 代理人	弁理士 山本 亮一 (外2名)
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

(54) 【発明の名称】 希土類元素・鉄・ボロン系統結磁石およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 安価で高保磁力、高比電気抵抗の希土類元素・鉄・ボロン系統結磁石を安定して得る。

【解決手段】 1種以上の希土類酸化物R'。O。(R'はY, La, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Luで、m, nはPrは2, 3および6, 11, Tbは2, 3および4, 7, その他はすべて2, 3である)を0.0005~40重量%含んで、残部がR (RはYを含む希土類元素の1種以上)、B、Feまたは／およびCoからなり、Rが8~20原子%、Bが2~10原子%、残部がFeまたは／およびCoからなるR-B-(Fe, Co)系合金組成物である希土類元素・鉄・ボロン系統結磁石。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 1種以上の希土類酸化物 R'_mO_n 。(R'はY、La、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Luであり、m、nはPrがそれぞれ2、3および6、11、Tbが2、3および4、7、その他はすべて2、3である)を0.0005~40重量%含み、残部がR(RはYを含む希土類元素の1種以上)、B、Feまたは/およびCoからなり、残部のうちRが8~20原子%、Bが2~10原子%、残りがFeまたは/およびCoからなるR-B-(Fe、Co)系合金組成物であることを特徴とする希土類元素・鉄・ボロン系統結磁石。

【請求項2】 希土類酸化物 R'_mO_n の含有量が0.0005~10重量%である請求項1記載の希土類元素・鉄・ボロン系統結磁石。

【請求項3】 希土類酸化物 R'_mO_n の平均粒径が0.1~100 μm である請求項1または2記載の希土類元素・鉄・ボロン系統結磁石。

【請求項4】 R(RはYを含む希土類元素の1種以上)、B、Feまたは/およびCoからなり、Rが8~20原子%、Bが2~10原子%、残部がFeまたは/およびCoのR-B-(Fe、Co)系合金組成物のインゴット合金または急冷薄帯を粉砕する工程において、1種以上の希土類酸化物粉末 R'_mO_n 。(R'はY、La、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Luであり、m、nはPrがそれぞれ2、3および6、11、Tbが2、3および4、7、その他はすべて2、3である)を、前記粉砕した合金組成物に0.0006~50重量%混合し、磁場中配向成形後、焼結することを特徴とする希土類元素・鉄・ボロン系統結磁石の製造方法。

【請求項5】 希土類酸化物粉末 R'_mO_n の混合量を0.0006~15重量%とする請求項4記載の希土類元素・鉄・ボロン系統結磁石の製造方法。

【請求項6】 請求項4または5記載の希土類元素・鉄・ボロン系統結磁石の製造方法により製造した希土類元素・鉄・ボロン系統結磁石を熱処理することを特徴とする希土類元素・鉄・ボロン系統結磁石の製造方法。

【請求項7】 希土類酸化物粉末 R'_mO_n のR'がY、La、Pr、Nd、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Luである請求項4~6のいずれかに記載の希土類元素・鉄・ボロン系統結磁石の製造方法。

【請求項8】 希土類酸化物粉末 R'_mO_n の平均粒径が0.1~100 μm である請求項4~7のいずれかに記載の希土類元素・鉄・ボロン系統結磁石の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、回転機器、電子部品、電気機器等の産業分野で有用な、希土類元素・鉄・ボロン系統結磁石およびその製造方法に関するものであ

る。

【0002】

【従来の技術】R(RはYを含む希土類元素の1種以上、以下同じ)、Fe、Co、Bからなる永久磁石、特にRとしてNdを主成分とする希土類磁石は、その磁気特性の高さから電子・電気機器産業の分野において、広く利用されている。

【0003】例えば、永久磁石式回転機器には、従来安価なフェライト磁石が主に使用されてきた。しかし近年、回転機器のさらなる小型化、効率化の要求に対して、高価ではあるが磁気特性の高い希土類磁石が使用されるようになった。一般に市販されている希土類磁石のうち、Sm-Co系磁石は、キュリー温度が高いため、磁気特性の温度変化が小さい。また耐食性も高く、表面処理を必要としない。しかし、原料としてCoを使用しているため、非常に高価である。一方Nd-Fe-B系磁石は永久磁石の中で飽和磁化が最も高く、また原料でCoを使用しないので安価である。しかし、キュリー温度が低いため、磁気特性の温度変化が大きく耐熱性に劣る。同時に耐食性も劣っているため、用途によっては適当な表面処理を必要とする。いずれの材料も金属であるので、比電気抵抗は酸化物であるフェライトの比電気抵抗の100分の1程度の100~200 $\mu\Omega\cdot cm$ 程度と小さい。したがって、モータなど回転機器でこの希土類磁石が変動する磁界にさらされながら使用される場合、電磁誘導により発生した渦電流が大量に流れ、その電流によるジュール熱により永久磁石が発熱する。永久磁石の温度が高くなると、とくにNd-Fe-B系磁石は磁気特性の温度変化が大きいため、磁気特性が低下し、その結果モータの効率も落ちる。従って、永久磁石1個あたりの大きさを小さくしたり、磁石同士の間に絶縁体を挟むなどして、誘導電流を抑え発熱量を抑制しているが、これらはいずれもモータにかかるコストを上げている。

【0004】Nd-Fe-B系磁石はそのキュリー温度の低さから磁気特性の温度変化が大きく、一般にあまり高温では使えない。従来、この希土類元素・鉄・ボロン系統結磁石の保磁力を高める様々な試みがなされてきた。一般に、希土類焼結磁石の主相となる $R_2(Fe,Co)_4$ B相には、Rとして、NdやPrといった軽希土類が用いられる。これは、軽希土類の場合、希土類原子の磁気モーメントとFe、Co原子の磁気モーメントが平行な方向を向くことにより、飽和磁化が大きくなるためである。一方、RとしてTb、Dyといった重希土類を用いた場合、希土類原子の磁気モーメントとFe、Coの磁気モーメントが反平行の方向を向き、飽和磁化は小さくなる。しかし、これらの原子を用いた $R_2(Fe,Co)_4$ B相は、結晶磁気異方性が軽希土類のものよりも大きいため、保磁力も大きくなる。

【0005】したがって、現在まで希土類焼結磁石の保磁力を高めるのに最も効果が現れた方法は、希土類焼結

磁石の主相となる $R_2(Fe,Co)_3$ 、B相のRの一部をDyやTbといった重希土類に置換し、結晶磁気異方性を高めるやり方であった。この代表的な方法として二合金法が挙げられる。二合金法は、希土類永久磁石中で強磁性相であり主相の $R_2(Fe,Co)_3$ 、B相となる部分の合金（主相合金）と、焼結を促進し同時に主相表面をクリーニングし保磁力を増大させる希土類リッチ相となる合金（助剤合金）を別々に作り、混合、粉碎、焼結する方法である。この方法を用いれば、主相 $R_2(Fe,Co)_3$ 、B相の部分と粒界相の希土類リッチ相の部分とを別々に最適化できる。この方法において、助剤合金にのみ重希土類を添加すれば、重希土類の $R_2(Fe,Co)_3$ 、Bは主相の外側のみに生成される。 $R_2(Fe,Co)_3$ 、B相の保磁力機構は核生成型であるため、主相の外側部分の結晶磁気異方性がこのように大きくなると、保磁力は大きくなる。さらにこのとき助剤合金のみに重希土類金属を添加すればよいので、全体に添加する場合と比べ、添加量は少量で同じ保磁力を得ることが出来る。同時に、飽和磁化の低下も小さい。

【0006】さて前述の通り、 $R_2(Fe,Co)_3$ 、B相の保磁力機構は核生成型であるため、焼結磁石中の一つ一つの $R_2(Fe,Co)_3$ 、B相の結晶粒が小さくなると表面積も小さくなり、逆磁区を発生しにくくなり、焼結磁石全体としての保磁力も大きくなる。このように保磁力に大きな影響を与える結晶粒径を制御するためには、焼結温度、焼結時間が非常に重要である。希土類・鉄・ボロン系焼結磁石では、焼結の際に1,000℃を超えたあたりから液相量が増え、密度が急速に上がると同時に主相 $R_2(Fe,Co)_3$ 、B相が結晶成長を始める。この変化は、焼結温度、焼結時間、組成に非常に敏感で、綿密な管理が必要とされる。この結晶成長を制御する方法として、V、Mo、W、Nb、Ti等の元素を添加する方法がある。これらの元素は、焼結磁石中では粒界にFe、B等と融点の高い安定な化合物をつくって存在し、 $R_2(Fe,Co)_3$ 、B結晶粒の粒成長をある程度抑制する（J.Fidler et al., 7th Int. Symposium on Magnetic Anisotropy & Coercivity in RE-TM Alloys, Session 1, 11）。

【0007】また、添加物として希土類酸化物、おもに重希土類の酸化物を用いる方法がある（特公平4-26525号公報）。これによれば、主相 $R_2(Fe,Co)_3$ 、B相のRを置換すると効果のある重希土類元素の酸化物ほど、効果が大きい。したがって、これは添加した酸化物が還元されて、主相の $R_2(Fe,Co)_3$ 、B相のRを置換したため、保磁力が増大したものと考えられる。その他、Al、Cr、Mg、Zn等の酸化物を添加物として用いて保磁力を向上させる方法がある [Zhongmin Chen et al., Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 162 (1996), 307]。これらの元素の酸化物は、酸化物中の酸素1原子当たりの標準生成ギブズエネルギーが焼結磁石の主相の $R_2(Fe,Co)_3$ 、B相のRの酸化物のものより

大きいことを考えると、希土類焼結磁石中で還元されてしまい、実際にはこれらの金属単体を添加した場合と同様の効果が起きているものと考えられる。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】前述のように、保磁力を上げるには、重希土類元素の金属を添加することが最も有効であるが、重希土類元素金属は非常に高価で、また同時に保磁力の増加と共に飽和磁化が下がってしまう。また、V、Mo、W、Nb、Ti等の元素の添加による方法は、粒成長をある程度抑制するが、やはり保磁力は焼結温度、焼結時間、組成に非常に敏感で、綿密な管理が必要とされる。

【0009】また誘導電流によるジュール熱により永久磁石が発熱する問題を解決するには、希土類磁石そのものの比電気抵抗が高ければよいが、これまで高い比電気抵抗と十分な磁気特性を両立するような方法はなかった。本発明はこれらの問題の解決を課題とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】そこで本発明者らは、高い比電気抵抗と十分な磁気特性を併せ持つような安価で保磁力の高い希土類元素・鉄・ボロン系焼結磁石を得るために様々な方法を考察、検討した。その結果、R-B-(Fe, Co)系合金組成物のインゴット合金または急冷薄帯を粉碎する工程において、1種以上の希土類酸化物粉末 R'_mO_n （ R' はY、La、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Luであり、m、nはPrが2、3および6、11、Tbが2、3および4、7、その他の元素はすべて2、3である）を0.0006～50重量%混合し、磁場中配向成形後、焼結することにより、希土類酸化物 R'_mO_n 。

（ R' はY、La、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Luであり、m、nはPrが2、3および6、11、Tbが2、3および4、7、その他の元素はすべて2、3である）を0.0005～40重量%含み、残部がR、B、Feまたは/およびCoからなるR-B-(Fe, Co)系合金組成物である希土類元素・鉄・ボロン系焼結磁石合金を得られることを見だし、さらに諸条件を確認して本発明を完成した。すなわち本発明の要旨は、1種以上の希土類酸化物 R'_mO_n を0.0005～40重量%含み、残部がR、B、Feまたは/およびCoからなり、Rが8～20原子%、Bが2～10原子%、残部がFeまたは/およびCoからなるR-B-(Fe, Co)系合金組成物であることを特徴とする希土類元素・鉄・ボロン系焼結磁石合金にあり、また、R、B、Feまたは/およびCoからなり、Rが8～20原子%、Bが2～10原子%、残部がFeまたは/およびCoのR-B-(Fe, Co)系合金組成物のインゴット合金または急冷薄帯を粉碎する工程において、1種以上の希土類酸化物粉末 R'_mO_n を、0.0006～50重量%混合し、磁場中配向成形後、焼結することを

特徴とする希土類元素・鉄・ボロン系焼結磁石の製造方法にある。

【0011】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。本発明によれば、

①R、B、Feまたは／およびCoからなり、Rが8～20原子%、Bが2～10原子%、残部がFeまたは／およびCoのR-B-(Fe, Co)系合金組成物のインゴット合金または急冷薄帯を粉砕する工程において、1種以上の希土類酸化物粉末R'。O。を前記粉砕した合金組成物に0.0006～50重量%混合し、磁場中配向成形後焼結する。

②得られた合金を熱処理することにより、1種以上の希土類酸化物R'。O。を0.0005～40重量%含んでいて、残部がR、B、Feまたは／およびCoからなり、Rが8～20原子%、Bが2～10原子%、残部がFeまたは／およびCoのR-B-(Fe, Co)系合金組成物である希土類元素・鉄・ボロン系焼結磁石を製造できるというものである。希土類酸化物R'。O。は絶縁体で、焼結磁石全体の比電気抵抗を大きくする。この焼結磁石中では、希土類酸化物R'。O。が分散して存在しているため、焼結の際に主相のR₂(Fe, Co)₁₄B相が粒成長することを妨げ、その結果個々の結晶粒の粒径が小さくなると同時に表面積が小さくなり、焼結磁石全体の保磁力が上がる。また同様の理由で、焼結温度を上げたり、焼結時間をのばしても粒が成長をしにくくなり、焼結温度や焼結時間に非常に敏感だった保磁力が鈍感になり、綿密な温度、時間制御が不要になり、生産効率上がる。

【0012】以下に、これをさらに詳述する。R-B-(Fe, Co)系合金組成物の粉末を作製する。この合金組成物の粉末は、例えば熔解・ castingしたインゴット合金を粉砕してもよいし、酸化物等から直接還元拡散法を用いて作製しても良い。熔解したものストリップキャスティング法を用いて急冷した急冷薄帯を粉砕したものでもよい。また、得られた合金を水素化、脱水素化することによって粉砕したものでもよい。また二合金法を用いて、主相のR₂(Fe, Co)₁₄B相をおもに含む主相合金粉末と、希土類リッチ相を含む助剤合金粉末を別々に前記のように作製して、混合したものでもよい。

【0013】このR-B-(Fe, Co)系合金粉末は、全体でRが8～20原子%、Bが2～10原子%、残部がFeまたは／およびCoとなるようにする。R、Bが上記範囲外では、粗大なα-Feが析出することにより保磁力を低下させたり、強磁性相である主相のR₂(Fe, Co)₁₄B相の存在比が少なくなり、残留磁化を低下させたりし、好ましくない。

【0014】上記R-B-(Fe, Co)系合金粉末を1種以上の希土類酸化物粉末R'。O。と混合する。

R'は、Y、La、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、T

b、Dy、Ho、Er、Tm、YbまたはLuであり、その元素の酸化物中の酸素1原子当たりの標準生成ギブズエネルギーが小さく合金の焼結過程で他の金属に還元されにくいという点からY、La、Pr、Nd、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Luが好ましい。m、nはPrが2、3および6、11、Tbが2、3および4、7、その他の元素は2、3である。

【0015】希土類酸化物粉末R'。O。としては、Y₂O₃、La₂O₃、Pr₂O₃、Pr₆O₁₁、Nd₂O₃、Sm₂O₃、Eu₂O₃、Gd₂O₃、Tb₂O₃、Tb₄O₇、Dy₂O₃、Ho₂O₃、Er₂O₃、Tm₂O₃、Yb₂O₃、Lu₂O₃が例示される。他の元素の酸化物は、磁石を焼結する温度において、酸化物中の酸素1原子当たりの標準生成ギブズエネルギーが、主相のR₂(Fe, Co)₁₄B相中の希土類Rの酸化物R'。O。のものより大きいので、添加しても焼結工程中に還元されてしまい、結果的に焼結磁石中で希土類Rの酸化物R'。O。となる。一例として、Ti、Zr、Al、Mg、Caの酸化物をNd金属で還元する反応およびYの酸化物をNd金属で還元する反応の標準ギブズエネルギーの温度変化を図1に示す。磁石を焼結する温度では、Ti、Zr、Al、Mg、Caの場合標準ギブズエネルギーが負となって還元反応が起こるが、Yの場合標準ギブズエネルギーが正となって還元反応は起こらない。

【0016】希土類酸化物粉末R'。O。の混合量は、該合金への含有量を0.0005～40重量%とする必要から、0.0006～50重量%とすることが必要であり、好ましくは0.0006～15重量%である。

【0017】希土類酸化物粉末R'。O。の平均粒径は、0.1～100μmがよい。粒径が0.1μm未満では、酸化物粉末は凝集してしまっており、粒径の大きな酸化物粉末を使用した場合と同じ結果になる。一方、100μmを超える粒径の酸化物粉末を使用すると、大きすぎて焼結磁石中に均一に分散しない。

【0018】希土類酸化物粉末R'。O。を前記のように合金組成物粉末に混合後、微粉砕し、次に磁場中成形するが、磁場中配向成形の条件は、磁場5～15kOe、成形圧力300～2,000 kgf/cm²が好ましい。

【0019】次いで磁場中配向成形した圧粉体を焼結する。焼結条件は、N₂、Ar等の不活性雰囲気中または真空中で、焼結温度は1,000～1,200℃がよい。焼結温度が1,000℃より低いと、焼結体の密度が十分上がらず、同時に保磁力も上がらない。焼結温度が1,200℃より高くなると、R₂(Fe, Co)₁₄B相の融点を越えるため、大きく粒成長し保磁力が下がる。

【0020】焼結後、さらに磁気特性を向上させるために熱処理を行うとよい。この熱処理は一般に、温度400～800℃、時間0.5～10時間で昇温、保持、降温というパターンで行うが、必要に応じてこれを繰り返したり、

段階または連続的に温度を変化させるパターンでも良い。

【0021】本発明の焼結磁石に含まれる希土類酸化物は式 R'_mO_n で表され、 R' は、Y、La、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、YbまたはLuで、 m 、 n はPrが2、3および6、11、Tbが2、3および4、7、その他の元素は2、3である。

【0022】希土類酸化物 R'_mO_n の含有量は、0.0005～40重量%となるようにし、好ましくは0.0005～10重量%とする。酸化物の量が0.0005重量%未満では、量が少なすぎて比電気抵抗をあげる効果を示さないと同時に焼結の際に十分に結晶成長を抑える効果を示さず、40重量%を超えると、焼結磁石の磁気特性、特に飽和磁化を落とす。希土類酸化物 R'_mO_n の含有量は、焼結磁石に必要とされる比電気抵抗と磁気特性との兼ね合いで決めればよい。

【0023】希土類酸化物 R'_mO_n の平均粒径は、0.1～100 μ mがよい。希土類酸化物粒径が0.1 μ m未満の焼結磁石を得ようとする、原料として平均粒径が0.1 μ m未満の希土類酸化物粉末 R'_mO_n を使用せねばならず、これは前記の通り、結果的に粒径の大きな酸化物粉末を使用した場合と同じ結果になり、一方、希土類酸化物粒径が100 μ mを超えると、もはや焼結磁石中に均一に分散しておらず、主相の $R_2(Fe,Co)_4B$ の粒成長を抑える働きがなく、高い保磁力は得られない。

【0024】

【実施例】次に本発明の実施の形態を実施例を挙げて具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

(実施例1～5および比較例1) Nd 15 原子%、Fe *

	酸化物	添加量 [重量%]	含有量 [重量%]	保磁力 [kOe]	残留磁化 [kG]	比電気抵抗 [$\Omega \cdot cm$]
実施例	6 Y ₂ O ₃	10	6.4	10.8	10.7	5.2×10^{-11}
	7 Tb ₂ O ₃	10	6.8	11.2	10.3	4.8×10^{-11}
	8 Dy ₂ O ₃	10	6.6	11.1	10.2	4.6×10^{-11}
	9 Ho ₂ O ₃	10	5.9	10.6	10.5	4.7×10^{-11}
	10 Gd ₂ O ₃	10	6.0	10.5	10.5	4.4×10^{-11}
比較例	1 -	-	-	13.5	12.0	1.8×10^{-11}

【0028】(実施例11～16および比較例2～7)

実施例1で得られた合金インゴットを粗粉碎した粉末に、平均粒径2 μ mのY₂O₃粉末を0.5重量%添加混合し(ただし比較例2～7は添加なし)、ジェットミルを用いて微粉碎した。微粉碎して得た粉末を、磁場中配向成形後、表3に示すように1,060～1,160℃で2時間焼結して、焼結磁石を作製した。表3に、この焼結磁

* 75 原子%、Co 2 原子%、B 8 原子%となるように金属原料を熔解し、合金インゴットを得た。上記合金インゴットを粗粉碎した粉末に、平均粒径約2 μ mのY₂O₃、Tb₂O₃、Dy₂O₃、Ho₂O₃、Gd₂O₃粉末を0.5重量%添加混合し(比較例1は添加なし)、ジェットミルを用いて微粉碎して得た粉末を、磁場中配向成形後、1,120℃で2時間焼結して、焼結磁石を作製した。表1に、この焼結磁石の磁気特性および酸化物の含有量、比較例1の磁石の磁気特性を示す。表1から、希土類酸化物の添加により残留磁束密度はやや低下するが、保磁力は増加することがわかる。

【0025】

【表1】

	酸化物	添加量 [重量%]	含有量 [重量%]	保磁力 [kOe]	残留磁化 [kG]
実施例	1 Y ₂ O ₃	0.5	0.30	15.1	11.9
	2 Tb ₂ O ₃	0.5	0.29	15.5	11.5
	3 Dy ₂ O ₃	0.5	0.32	15.3	11.4
	4 Ho ₂ O ₃	0.5	0.26	15.0	11.7
	5 Gd ₂ O ₃	0.5	0.27	14.9	11.8
比較例	1 -	-	-	13.6	12.0

【0026】(実施例6～10)合金インゴットを粗粉碎した粉末に、平均粒径約2 μ mのY₂O₃、Tb₂O₃、Dy₂O₃、Ho₂O₃、Gd₂O₃粉末を10重量%添加混合した以外は実施例1と同様に行って、焼結磁石を作製した。表2に、この焼結磁石の磁気特性、酸化物の含有量、比電気抵抗、および比較例1の磁石の磁気特性、比電気抵抗を記す。表2から、希土類酸化物の添加により比電気抵抗は増加することがわかる。

【0027】

【表2】

石の磁気特性、酸化物の含有量、密度、および比較例2～7の磁石の磁気特性、密度を併記する。表3から、比較例2～7は焼結温度に対して、保磁力および焼結体の密度が敏感に変化するのに対し、実施例11～16はなめらに変化することがわかる。

【0029】

【表3】

		添加量 [重量%]	焼結温度 [℃]	含有量 [重量%]	保磁力 [kOe]	残留磁化 [kG]	密度 [g/cm ³]
実施例	11	0.5	1060	0.31	16.0	11.3	7.22
	12		1080		15.8	11.6	7.34
	13		1100		15.4	11.8	7.41
	14		1120		15.1	11.9	7.50
	15		1140		14.8	12.2	7.61
	16		1160		14.5	12.4	7.53
比較例	2	-	1060	-	15.0	10.8	6.80
	3		1080		14.7	11.4	7.16
	4		1100		13.9	11.8	7.43
	5		1120		13.5	12.0	7.55
	6		1140		12.2	12.2	7.58
	7		1160		10.7	12.4	7.60

【0030】（実施例17～20）合金インゴットを粗粉砕した粉末に、Y₂O₃粉末を表4に示すように種々の割合で添加混合した以外は、実施例1と同様に行って焼結磁石を作製した。表4に、この焼結磁石の磁気特性、酸化物の含有量、および比較例1の磁石の磁気特性を併記する。表4から、希土類酸化物の添加量0.2重量%から3.0重量%までの増加により、比較例1に比べ残留磁束密度は低下していくが、保磁力は増大していくことがわかる。

【0031】

【表4】

		添加量 [重量%]	含有量 [重量%]	保磁力 [kOe]	残留磁化 [kG]
実施例	17	0.2	0.08	14.3	11.9
	18	0.5	0.30	15.1	11.9
	19	1.0	0.58	16.0	11.8
	20	3.0	1.61	16.8	11.6
比較例	1	-	-	13.5	12.0

【0032】（実施例21～24）合金インゴットを粗粉砕した粉末に、平均粒径2μmのY₂O₃粉末を表5に示すように種々の割合で添加混合した以外は、実施例1と同様に行って焼結磁石を作製した。表5に、この焼結磁石の磁気特性、酸化物の含有量、比電気抵抗および比較例1の磁石の磁気特性、比電気抵抗を併記する。表5から、希土類酸化物の添加量5重量%から40重量%までの増加により、比較例1に比べ比電気抵抗は増大していくが、残留磁束密度および保磁力は低下していくことがわかる。

20

【0033】

【表5】

		添加量 [重量%]	含有量 [重量%]	保磁力 [kOe]	残留磁化 [kG]	比電気抵抗 [Ω·cm]
実施例	21	5	3.0	14.0	11.3	2.4×10 ⁻²
	22	10	6.4	10.8	10.7	5.2×10 ⁻²
	23	20	13.2	8.0	9.8	1.3×10 ⁻¹
	24	40	27.3	4.2	8.3	4.8×10 ⁻¹
比較例	1	-	-	13.5	12.0	1.8×10 ⁻¹

*

【0034】（実施例25）合金インゴットを粗粉砕した粉末に、表6に示すような組成の希土類酸化物混合物粉末（平均粒径約3μm）を1重量%添加混合した以外は、実施例1と同様に行って焼結磁石を作製した。表7に、この焼結磁石および比較例1の磁石の磁気特性を記す。表7から、希土類酸化物の混合物の添加でも、比較例1に比べ保磁力は増大することがわかる。

【0035】

【表6】

酸化物	組成 [重量%]
Y ₂ O ₃	54.6
Gd ₂ O ₃	22.8
Dy ₂ O ₃	9.6
Er ₂ O ₃	4.3
Yb ₂ O ₃	3.4
Tb ₂ O ₃	2.5
Ho ₂ O ₃	1.5
Tm ₂ O ₃	0.7
Lu ₂ O ₃	0.6

【0036】

【表7】

		添加量 [重量%]	保磁力 [kOe]	残留磁化 [kG]
実施例	25	1.0	15.8	11.8
比較例	1	-	13.5	12.0

40 【0037】（実施例26）合金インゴットを粗粉砕した粉末に、表6のような希土類酸化物混合物粉末（平均粒径約3μm）を10重量%添加混合した以外は、実施例25と同様に行って焼結磁石を作製した。表8に、この焼結磁石および比較例1の磁石の磁気特性および比電気抵抗を記す。表8から、希土類酸化物の混合物の添加でも、比較例1に比べ比電気抵抗は増大することがわかる。

【0038】

【表8】

	添加量 [重量%]	保磁力 [kOe]	残留磁化 [kG]	比電気抵抗 [Ω・cm]
実施例 26	10	10.6	10.6	4.9×10^{-4}
比較例 1	-	13.5	12.0	1.8×10^{-4}

【0039】

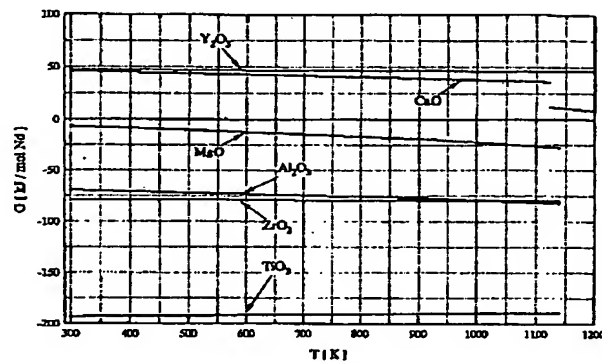
【発明の効果】本発明によれば、高い保磁力およびモータ等変動する磁界にさらされるような使用条件でも渦電*

* 流の発生が抑えられる大きな比電気抵抗を持つ焼結磁石を、低コストで製造でき、また製造の効率を上げることが出来る。

【図面の簡単な説明】

【図1】Ti、Zr、Al、Mg、CaおよびYの酸化物をNd金属で還元する反応の標準ギブズエネルギーの温度変化を示すグラフである。

【図1】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁸

C 2 2 C 33/02

38/00

H 0 1 F 1/053

41/02

識別記号

1 0 3

3 0 3

F I

H 0 1 F 41/02

B 2 2 F 3/00

3/02

H 0 1 F 1/04

G

F

R

H